

## CONFÉDÉRATION SUISSE

BUREAU FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE



Int. Cl.2: A 23 L A 24 B 3/12

CH EXPOSÉ D'INVENTION (19)

(1)

568 024

21) Numéro de la demande: 9150/73

61) Additionnel à:

> Demande scindée de: 3396/71

22 Date de dépôt:

9. 3. 1971, 1814 h

33333 Priorité:

62)

Brevet délivré le

15. 9. 1975

**45**) Exposé d'invention publié le 31. 10. 1975

64) Titre: Composition aromatisante et son utilisation

**3** Titulaire:

Firmenich S.A., Genève

74) Mandataire:

72 Inventeur: Dr. Ivon Flament, Petit-Lancy

La présente invention se rapporte à une composition aromatisante, caractérisée en ce qu'elle contient, comme ingrédient actif, au moins un composé chimique synthétique de formule

dans laquelle chacun des symboles R<sup>5</sup> à R<sup>9</sup> représente soit l'hydrogène, soit un radical monovalent dérivé d'un hydrocarbure aliphatique saturé ou insaturé, cyclique ou acyclique, linéaire ou ramifié.

. L'invention a également pour objet l'utilisation de la composition ci-dessus afin de modifier ou améliorer les caractéristiques organoleptiques d'aliments pour l'homme et les animaux, de boissons et du tabac.

Les composés de formule I, dérivés de la cyclohexénone, représentent une classe de composés relativement bien connus et dont la synthèse a déjà été étudiée par le passé. Elle est notamment décrite dans J. Chem. Soc. 1944, 430, J. Am. Chem. Soc. 71, 2028 (1949) et J. Org. Chem. 21, 612 (1956). Il convient cependant de noter qu'aucune des références ci-dessus ne mentionne l'utilisation des dérivés de formule I en tant qu'ingrédients aromatisants.

Nous avons en effet trouvé, de façon surprenante, que l'addition de compositions contenant lesdits composés de formule I à des aliments divers, des boissons, des préparations pharmaceutiques ou du tabac, modifiait, améliorait ou renforçait sensiblement les propriétés organoleptiques desdits produits.

Les caractéristiques organoleptiques obtenues varient notamment selon la nature des aliments considérés, selon la nature de la composition aromatisante utilisée et, en particulier, selon les concentrations respectives desdits ingrédients au sein de la composition. C'est ainsi que des compositions aromatisantes telles que définies plus haut peuvent entre autres conférer aux produits auxquels on les a incorporées une note gustative de caractère rôti ou grillé, párfois terreux. Selon les cas, on a également pu obtenir, 5, à l'aide de telles compositions, un goût de viande, de céréale, de noix, de noisette ou de cacao. Le terme «aliment», tel qu'utilisé au sein de la présente description, doit être compris dans son sens le plus large: il sert notamment à désigner des produits tels que thé, café ou chocolat.

Des arômes artificiels tels que des arômes de noix, noisettes, cacahuètes, pistaches, chocolat, café, caramel, de céréales grillées, de viande ou d'épices diverses par exemple, peuvent être favorablement modifiés par l'addition des composés de formule I, en raison notamment de la nuance torréfiée et brûlée que lesdits 15 composés apportent à la composition aromatisante en question.

Les proportions utilisées pour obtenir des effets aromatisants tels que décrits ci-dessus peuvent varier de façon étendue. Des effets intéressants peuvent être obtenus par l'utilisation d'une composition aromatisante à raison de 0,1 ppm du poids total de <sup>20</sup> la matière aromatisée. Selon la nature de l'aliment ou boisson considérés, il peut être parfois plus avantageux d'utiliser lesdites compositions en proportions plus élevées, par exemple de l'ordre de 1 à 10 ppm. Les quantités susmentionnées ne représentent cependant pas des limites absolues, des quantités supérieures ou <sup>25</sup> inférieures à celles-ci peuvent être également utilisées.

Les composés de formule I dont l'utilisation comme ingrédients aromatisants constitue l'objet de la présente invention peuvent être utilisés sous forme de solutions diluées, à raison de 0,1 à 5% par exemple. Parmi les solvants non toxiques convenant 30 à un tel usage, on peut citer le propylène-glycol, la triacétine, l'alcool benzylique par exemple, ou encore des huiles comestibles insipides, telle l'huile d'arachide pure par exemple.

Ci-après figure la liste des composés de formule I dont l'utilisation constitue l'objet de la présente invention. En regard de la 35 dénomination de chacun desdits composés figure la référence indiquant la méthode de préparation ou la source commerciale. Dans ce dernier cas on utilise l'abréviation «p.c.».

Les composés nouveaux sont désignés par l'abréviation «c.n.». On décrira par le détail leur préparation et leurs données <sup>40</sup> analytiques.

```
Co
    1. cyclohex-2-ène-one
                                               p.c.
    2. 2-méthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               Ann. 379, 17 (1911)
    3. 3-méthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               p.c.
    4. 4-méthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               J. Chem. Soc. 1960, 3563
    5. 5-méthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               J.Chem. Soc. 1946, 595
    6. 6-méthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               J. Am. Chem. Soc. 78, 4604 (1956)
C_2
    7. 2,6-diméthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               J.Chem. Soc. 1944, 430
    8. 3,4-diméthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               Compt.Rend. 205, 680 (1937)
    9. 3,5-diméthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               J.Chem. Soc. 1960, 3563
   10. 3,6-diméthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               J.Chem. Soc. 1944, 430
   11. 4,6-diméthyl-cyclohex-2ène-one
                                               J.Chem. Soc. 1944, 430
   12. 2,3-diméthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               J.Org. Chem. 4, 266 (1939)
   13. 2,4-diméthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               C.A. 61, 585 c
   14. 2,5-diméthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               J.Chem. Soc. 1944, 430
   15. 4,5-diméthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               C.A. 64, 19436 f
   16. 5,6-diméthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               J.Org. Chem. 21, 612 (1956)
   17. 2-éthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               Ann. 360, 49 (1908)
   18. 3-éthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               J.Am.Chem. Soc. 71, 2028 (1949)
   19. 4-éthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               C.A. 64, 11099 b
   20. 5-éthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               c.n., *
   21. 6-éthyl-cyclohex-2-ène-one
                                               c.n., *
```

Préparé selon la méthode indiquée dans J.Chem. Soc. 1944, 430.

5-Ethyl-cyclohex-2-ène-one:

SM: m/e = 124(17), 69(3), 68(100), 67(6), 55(4), 41(7), 40(8), 39(12), 27(5).

6-Ethyl-cyclohex-2-ène-one:

SM: m/e = 124(7), 96(46), 95(7), 68(100), 55(5), 41(7), 40(10), 39(14), 27(8).

L'invention est illustrée de façon plus détaillée à l'aide des exemples ci-après.

## Exemple 1

On a préparé une composition aromatisante de base en mélangeant les ingrédients suivants (parties en poids):

2-méthyl-pyrazine	5,0
2,5-diméthyl-pyrazine	8,0
2-méthyl-6-éthyl-pyrazine	1,0
2-méthyl-3-éthyl-pyrazine	2,5
3,5-diméthyl-2-éthyl-pyrazine	1,0
2,5-diméthyl-3-éthyl-pyrazine	2,0
propylène-glycol	980,5
	1000,0

La composition de base ci-dessus a été ajoutée, à raison de 0,01%, à une solution à 0,5% (poids/volume) de chlorure de sodium dans l'eau et dans une solution aqueuse à 1% (volume/volume) d'un hydrolysat de protéines commercial. Les solutions ainsi obtenues ont été ensuite divisées en quatre parties égales, celles-ci étant finalement aromatisées par l'addition respective des ingrédients suivants (parties en poids par rapport au poids total de la solution):

1. 5-méthyl-cyclohex-2-ène-one	5 ppm
2. 6-méthyl-cyclohex-2-ène-one	5 ppm
3. 3,6-diméthyl-cyclohex-2-ène-one	5 ppm
4. 4.6-diméthyl-cyclohex-2-ène-one	5 ppm

Les solutions ainsi aromatisées ont été soumises à l'évaluation organoleptique de la part d'un groupe d'experts. Ces derniers ont défini le goût des solutions comme suit:

- 1. Noisettes vertes
- 2. Caractère de viande
- 3. Caractère de viande brûlée, rôtie, légèrement terreux
- 4. Analogue à celui indiqué sous chiffre 3.

## Exemple 2

Une composition aromatisante de base a été préparée en mélangeant les ingrédients suivants (parties en poids):

sulfure de diméthyl	0,03
2-méthyl-3-éthyl-pyrazine	0,15
2-acétyl-pyrazine	0,20
2-éthyl-6-méthyl-pyrazine	0,20
indole	0,20
2,5-diméthyl-3-éthyl-pyrazine	0,30
2,3,5-triméthyl-pyrazine	0,50
2,5-diméthyl-pyrazine	0,50
acide caprique	1,00
acide caprylique	2,00
acide n-butyrique	2,00
acide caproïque	3,50
huile végétale	89,42
	100,00

10

La composition de base ci-dessus à été ajoutée, à raison de 0,01%, à une solution de 25 g de jus de rôti instantané commercial dans 600 ml d'eau. La solution ainsi obtenue a été divisée en deux parties égales et ces fractions ont été ensuite aromatisées par l'addition des ingrédients indiqués ci-dessous (parties en poids calculées sur le poids total de la solution aromatisée):

1. 6-méthyl-2-cyclohex-2-ène-one	5 ppm
2. 4.5-diméthyl-2-cyclohex-2-ène-one	5 ppm

Les solutions aromatisées ainsi obtenues ont été soumises à une évaluation organoleptique de la part d'un groupe d'experts lesquels ont défini le goût desdites solutions comme suit:

- Possède une note de céréale rôtie. Ledit caractère était absent de la solution de contrôle.
- 2. Note céréale, caractère viande, goût plus arrondi que 1.

## REVENDICATIONS

I Composition aromatisante, caractérisée en ce qu'elle contient, comme ingrédient actif, au moins un composé chimique synthétique de formule

dans laquelle chacun des symboles R<sup>5</sup> à R<sup>9</sup> représente soit l'hydrogène, soit un radical monovalent dérivé d'un hydrocarbure aliphatique saturé ou insaturé, cyclique ou acyclique, linéaire ou ramifié.

50 II Utilisation de la composition selon la revendication I afin de modifier ou améliorer les caractéristiques organoleptiques d'aliments pour l'homme et les animaux, de boissons et du tabac.